

НА ПРАВАХ РУКОПИСИ

ЛУЧКИН Григорий Сергеевич

АНОМАЛЬНЫЙ ТЛЕЮЩИЙ РАЗРЯД В СКРЕЩЕННЫХ
ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ И МАГНИТНОМ ПОЛЯХ В ПРОЦЕССАХ
НАНЕСЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Специальность

01.02.05 – Механика жидкости, газа и плазмы

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Казань 2005

Работа выполнена в Казанском государственном технологическом
университете

Научный руководитель: доктор технических наук,
Кашапов Наиль Фаикович

Официальные оппоненты: доктор физ-мат. наук, профессор
Гайсин Фивзат Миннибаевич
кандидат технических наук, доцент
Шаяхов Марс Фаритович

Ведущая организация: ОАО ОКБ «СОЮЗ»

Защита состоится _____ 2005 г. в _____ час на
заседании диссертационного совета Д212.079.02 в Казанском
государственном техническом университете им. А.Н.Туполева по адресу:
420111, Казань, К.Маркса, 10 в зале заседания ученого совета

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке КГТУ им.
А.Н.Туполева

Автореферат разослан _____ 2005 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
к.т.н., доцент

А.Г. Каримова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ*

Актуальность темы. В настоящее время плазменные технологии находят широкое применение в машиностроении, радиоэлектронике и оптическом приборостроении, в том числе при нанесении покрытий на поверхности металлов, полупроводников и диэлектриков с целью придания им требуемых физических свойств.

Наиболее перспективными для процессов напыления являются разрабатываемые в последние годы плазменные методы получения покрытий. Анализ показывает, что многие вневакуумные методы осаждения имеют ограниченные возможности с точки зрения придания поверхности изделий заданных свойств. Так плазменные методы нанесения при атмосферном давлении обладая рядом существенных достоинств не позволяют получать высокоплотные покрытия, достаточно равномерные по толщине. Напыление в вакууме лишено этих недостатков, однако, малая скорость напыления и ограниченный набор пленкообразующих материалов, не всегда удовлетворяет разработчиков интерференционных конструкций. Появившиеся сравнительно недавно магнетронные распылительные системы, способные наносить как тонкопленочные, так и пленочные покрытия толщиной в несколько микрон, позволили существенно расширить область применения ионного распыления материалов в процессах нанесения покрытий.

Магнетронная распылительная система (МРС) позволяет осуществлять процесс испарения пленкообразующего материала с большой скоростью и с одновременной ионизацией и возбуждением распыленных атомов. Наличие возможности управления параметрами разряда позволяет направленно влиять на свойства получаемых покрытий. Поэтому технологии с применением магнетронной распылительной системы, являются перспективными в процессах изготовления тонкослойных оптических покрытий.

Работа направлена на решение актуальной проблемы создания новых совершенных магнетронных распылительных систем и исследование аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях в процессе нанесения покрытий, а также разработку теории и методики расчета МРС.

Работа выполнена в соответствии с программой «Научные исследования высшей школы по приоритетным направлениям науки и техники» в рамках научно – инновационного сотрудничества Министерства образования и ОАО «Автоваз» по подпрограмме «Создание новых материалов и технологий для автомобилестроения»; а также в рамках программы развития приоритетных направлений развития науки республики Татарстан на 2001-2005 г. по теме «Нанесение отражающих тонкопленочных покрытий в условиях динамического вакуума» и по теме «Функциональные покрытия для

*В руководстве работой принимал участие к.т.н. Галяутдинов Р.Т.

повышения эффективности оптико-электронных приборов, применяемых при оперативной диагностике газо-нефтепроводов».

Цель и задачи исследования. Целью работы являлось определение влияния параметров разряда в магнетронной распылительной системе на свойства формируемых покрытий и разработка на основе установленных закономерностей новых технологий получения оптических покрытий с улучшенными техническими и эксплуатационными характеристиками. Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Создание установки для нанесения функциональных покрытий при помощи магнетронной распылительной системы;
2. Экспериментальное исследование разряда в процессах нанесения покрытий;
3. Разработка численной методики расчета скорости распыления в магнетронной распылительной системе на основе математической модели прикатодной области аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях;
4. Экспериментальное исследование свойств полученных покрытий и их зависимость от параметров разряда;
5. Разработка технологии получения оптических покрытий с заданными свойствами.

Объект и методы исследования. Основным объектом исследования является аномальный тлеющий разряд в скрещенных электрическом и магнитном полях, а также покрытия, полученные при его использовании.

Для определения параметров аномального тлеющего разряда влияющих на характеристики покрытий исследовались пространственное распределение плавающего потенциала электрического поля, изменение магнитного поля, распределение температуры, плотность разрядного тока на катоде (мишени), а также проводились калориметрические измерения.

Полученные функциональные покрытия исследовались по следующим параметрам: адгезионная прочность, остаточные напряжения, спектральная зависимость коэффициента отражения, устойчивость к климатическим и механическим воздействиям.

Научная новизна работы.

1. Исследованы электрические и энергетические характеристики аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях магнетрона в процессах нанесения оптических покрытий;
2. Впервые на основе математической модели прикатодной области разряда в магнетронной распылительной системе, учитывающей зависимости коэффициента ионизации от энергии электронов и напряженности

электрического поля разработана методика расчета скорости распыления катода;

3. Установлена закономерность влияния параметров аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях на характеристики получаемых покрытий;

4. Разработана технология нанесения покрытий с заданными свойствами при непрерывном контроле толщины наносимых покрытий;

5. Получены оптические покрытия с заданными свойствами новизна которых подтверждена двумя патентами и свидетельством на полезную модель.

Практическая ценность работы заключается в следующем:

1. На основе экспериментальных и теоретических исследований параметров аномального тлеющего разряда в процессе нанесения покрытий разработаны технологии получения тонкопленочных покрытий с заданными свойствами;
2. Внедрены в промышленность созданные технологические процессы и специальное оборудование для нанесения покрытий с помощью МРС.

На защиту выносятся следующие положения и выводы:

1. Результаты комплексных экспериментальных исследований характеристик аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях в процессе нанесения оптических покрытий;
2. Численная методика расчета скорости распыления в магнетронной распылительной системе на основе математической модели прикатодной области аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях;
3. Закономерности влияния параметров разряда в МРС на характеристики получаемых покрытий;
4. Технология нанесения функциональных покрытий с помощью МРС.

Апробация работы и публикации. Основные результаты работы докладывались на: 6-ой Международной конференции "Пленки и покрытия 2001", (Санкт-Петербург, 2001); втором международном симпозиуме "Оборудование и технологии термической обработки металлов и сплавов в машиностроении ОТТОМ-2" (Харьков, 2001); II Международной научно-практической конференции "Автомобиль и техносфера" ICATS'2001' (Казань, 2001); Всероссийской научной конференции по физике низкотемпературной плазмы ФНТП-2001, (Петрозаводск, 2001); I Евразийском симпозиуме по проблемам прочности материалов и машин для регионов холодного климата, (Якутск, 2002); Международной научно-технической конференции «тонкие пленки и слоистые структуры» Пленки – 2002, (Москва, 2002); Отчет научно-исследовательской работы на средства

Фонда НИОКР РТ Академии наук РТ по договору № 06-6.4-111/2003(Ф).
//Нанесение отражающих тонкопленочных покрытий в условиях динамического вакуума; XXX и XXXI Звенигородской конференциях по физике плазмы и УТС. Звенигород, 2003, 2004; научных сессиях Казанского государственного технологического университета (Казань, 2002, 2003, 2004).

Основные результаты исследований изложены в 22 публикациях (5 статей, 2 патента, 1 свидетельство на полезную модель).

Личный вклад автора состоит в получении, обработке и обсуждении полученных экспериментальных данных, в подготовке материала к публикации. Постановка цели и задач исследования, а также обсуждение полученных результатов проводилось совместно с научным руководителем. Ключевые публикации по теме данной работы написаны лично диссертантом.

Структура и объем работы: Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы, включающего 116 наименований. Работа изложена на 130 страницах машинописного текста, содержит 44 рисунка, 1 таблицу.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, сформулирована основная цель исследования, поставлены задачи, показаны научная новизна и практическая ценность полученных результатов, дана структура диссертации.

В первой главе дан обзор основных методов нанесения тонкопленочных покрытий, который показал, что наиболее предпочтительными являются магнетронные распылительные системы, позволяющие получать пленки металлов и их сплавов, полупроводников и диэлектриков. Сформулированы задачи диссертации.

Во второй главе приведено описание созданной экспериментальной установки, представлены методики измерения параметров разряда и методики измерения характеристик покрытий. Вакуумная установка имеет следующие технические характеристики: объем вакуумной камеры составляет $0,27 \text{ м}^3$; остаточное давление в камере $6,5 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$; время откачки вакуумной камеры до остаточного давления, не более 30 мин. Для нанесения покрытий использовались два планарных магнетрона. Контроль толщины наносимых оптических покрытий в процессе напыления осуществлялся разработанной и смонтированной на камере системой фотометрического контроля. Толщина наносимых слоев контролировалась по изменению интенсивности отраженного света от свидетеля, расположенного в вакуумной камере в плоскости напыляемых изделий.

Функциональная схема экспериментальной установки представлена на рис. 1. В состав установки входят: 1 - корпус вакуумной камеры, 2 – система

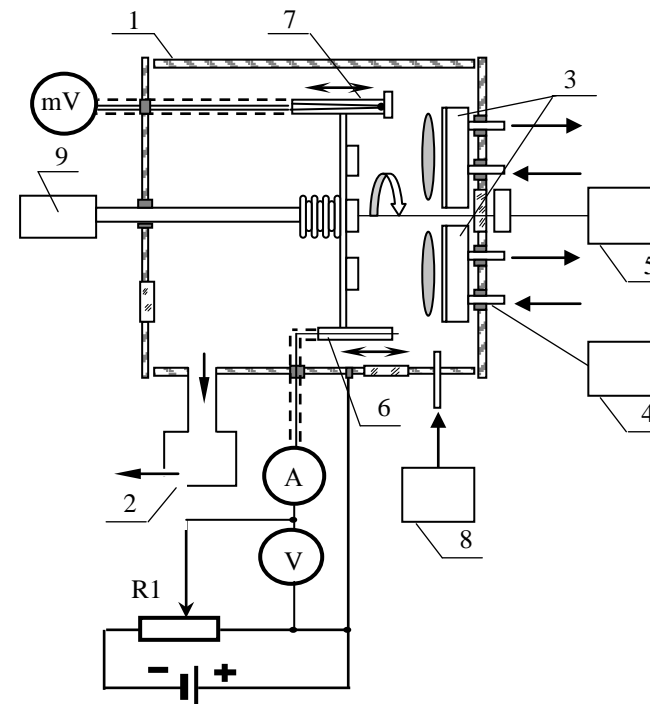


Рис. 1. Функциональная схема экспериментальной установки

откачки, 3 - магнетроны, 4 - источник питания магнетрона, 5 - система фотометрического контроля толщины покрытий, 6 - одиночный электростатический зонд, 7 - термопара, 8 - система подачи плазмообразующего газа, 9 - система вращения подложек.

Измерение параметров разряда МРС проводилось при помощи измерительного комплекса, в который входили: вакуумметр, вольтметр постоянного тока, амперметр постоянного тока, лабораторный набор для проведения колориметрических измерений, зонд для измерения пространственного распределения температуры, одиночный электростатический зонд для измерения плавающего потенциала плазмы, магнитный зонд. Основные параметры разряда изменялись в следующих пределах: напряжение на катоде U изменялось от 375 до 600 В, давление рабочего газа в камере p поддерживалось от 0,1 до 0,3 Па, материалом катода служили алюминий, медь, титан и нержавеющая сталь, время напыления t изменялось от 0,5 до 25 мин, величина индукции магнитного поля B

изменялась дискретно и составляла 0,02, 0,04 и 0,08 Тл, плазмообразующим газом служили аргон и смесь аргона с кислородом в соотношении 9:1.

Полученные покрытия исследовались по следующим параметрам: коэффициент отражения, комплексный показатель преломления, толщина пленки, адгезионная прочность, остаточные напряжения, структура, механическая прочность, влагостойкость, стабильность характеристик во времени.

В третьей главе представлены результаты экспериментальных исследований электрических и энергетических характеристик разряда в магнетронной распылительной системе. Представлены результаты изучения характеристик полученных покрытий в зависимости от параметров разряда. Предложена математическая модель аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях в процессе нанесения оптических покрытий. Предложена модель строения оксидных пленок полученных с помощью MPC.

Наиболее полное представление о механизме разряда в MPC можно получить из вольтамперных характеристик (ВАХ). На рис. 2 представлены ВАХ в зависимости от условий разряда. Сравнение кривых показывает, изменение давления сильно влияет на напряжение и ток разряда (кривые 1 и 2). При неизменном напряжении с увеличением давления ток разряда возрастает, что ведет к повышению скорости распыления мишени.

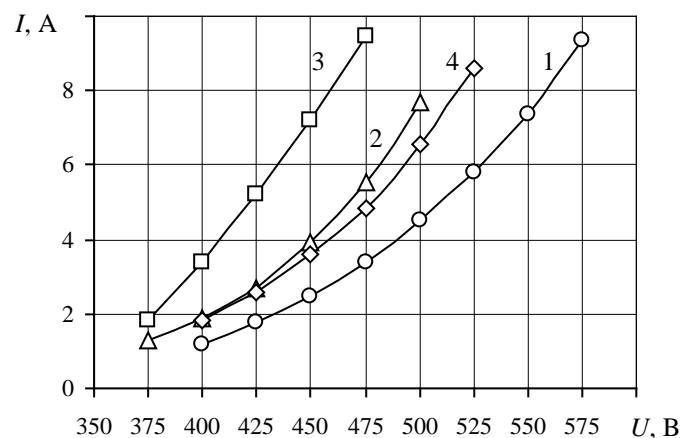


Рис. 2. ВАХ разряда в зависимости от давления, напряженности магнитного поля, и материала катода. Плазмообразующий газ - аргон:
 1 - $p=0,25$ Па, $B=0,04$ Тл, Cu; 2 - $p=0,30$ Па, $B=0,04$ Тл, Cu;
 3 - $p=0,30$ Па, $B=0,08$ Тл, Cu; 4 - $p=0,30$ Па, $B=0,04$ Тл, Al

С увеличением индукции магнитного поля магнетрона наблюдается рост тока разряда при одних и тех же значениях напряжения на катоде. Влияние величины индукции магнитного поля показано на рис. 2 (кривые 2 и 3). Магнитная индукция повышает эффективность ионизации атомов рабочего газа, поскольку увеличивает число столкновений электронов с атомами. Можно считать, что наложение магнитного поля эквивалентно увеличению давления рабочего газа.

При использовании в качестве мишени магнетрона пластин из разных металлов ВАХ несколько различаются, но имеют сходный вид. На рис. 2 (кривые 2 и 4) представлены ВАХ снятые при одинаковых условиях для двух разных катодов: алюминиевого и медного. Из рисунка видно, что при одном и том же напряжении ток разряда на магнетроне с алюминиевой мишенью выше, чем на магнетроне с медной мишенью. Следовательно, процесс распыления алюминия происходит интенсивнее, чем меди.

Проведенное сравнение ВАХ разряда показало влияние основных условий разряда: давления рабочего газа и индукции магнитного поля, а также материала катода на скорость распыления мишени-катода.

Проведенные измерения плавающего потенциала выявили наличие сильной неоднородности вблизи поверхности мишени. Максимальные значения плавающего потенциала соответствуют положению зонда над зоной эрозии мишени. По мере увеличения расстояния до катода неоднородность плавающего потенциала уменьшается.

Измерение пространственного распределения температуры вблизи работающего магнетрона показало, что наибольший нагрев наблюдается над поверхностью зоны максимального распыления мишени. При увеличении расстояния между магнетроном и подложкой неравномерность нагрева уменьшается и на расстоянии превышающем 18 см нагрев происходит практически равномерно.

Одними из важнейших характеристик MPC являются энергетические характеристики. Наибольший интерес с точки зрения технологического применения представляет мощность потребляемая всей установкой ($P_{\text{потр}}$) и мощность вкладываемая в разряд (P_r). Знание их величины позволяет определить энергозатраты на техпроцесс. Потребляемая мощность экспериментальной установки складывается из мощности вакуумной системы ($P_{\text{вак}}$), мощности нагревателя подложек ($P_{\text{нагр}}$) и мощности источника питания магнетрона ($P_{\text{ист}}$). В результате измерений установлено, что ~40% энергии разряда идет на нагрев катода магнетрона и менее 1% энергии разряда переходит в энергию излучения. Остальная часть энергии вкладываемой в разряд (~55%), идет на кинетическую энергию электронов, ионизированных атомов рабочего газа и распыленных атомов материала мишени.

Результаты калориметрических измерений и вычислений сведены в таблицу:

U , В	I , А	m , кг/мин	ΔT , °С	Q_o , Дж	Q_v , Дж	η , %
444	10	0,4	68	266400	113968	43
406	8,7	0,62	35	211932	90923	43
360	8,7	0,52	37	187920	80615	43

где m – расход охлаждающей воды; ΔT – температура нагрева охлаждающей воды; Q_o – энергия, вложенная в разряд; Q_v – энергия унесенная охлаждающей водой; η – отношение энергии унесенной охлаждающей водой к вложенной в разряд энергии.

Проведенные измерения позволили определить скорость нанесения покрытия в зависимости от мощности разряда. С увеличением мощности разряда скорость нанесения покрытия линейно возрастает.

Наносимые покрытия характеризуются механическими, оптическими и электрическими свойствами. Исследование влияния характеристик разряда на эти свойства имеет решающее значение при изготовлении покрытий с требуемыми свойствами.

Толщина получаемых покрытий увеличивается прямо пропорционально продолжительности процесса напыления. В свою очередь, скорость распыления зависит от мощности разряда. При увеличении мощности разряда скорость распыления также растет линейно.

В процессе напыления температура подложек возрастает и выходит на насыщение, определяемое мощностью разряда и расстоянием между магнетроном и подложкой. Например, выбор режима напыления, соответствующего небольшой скорости осаждения, позволяет без дополнительного охлаждения поддерживать температуру подложки не выше $T = 100$ °С, что важно при напылении на подложки из материала с низкой термостойкостью. При формировании пленок с помощью МРС вначале возникают значительные отрицательные (растягивающие) напряжения. В течение первых 10 минут напыления подложка быстро прогревается. Со временем рост температуры замедляется. Температура становится достаточной для снятия растягивающих напряжений, в течение 13-18 мин. Предварительный нагрев подложек необходим для устранения быстрого роста температуры в начальный период нанесения покрытия, для предотвращения возникновения остаточных напряжений в пленке. С этой целью подложки необходимо нагревать до температуры, равной или большей той, которая установится на них в процессе осаждения покрытия. Однако нагрев отрицательно влияет на коэффициент отражения нанесенного покрытия.

Подача отрицательного напряжения на подложку изменяет пространственное распределение потенциала вокруг магнетрона и подложки так, что ионизированные атомы аргона начинают бомбардировать поверхность растущего покрытия. С увеличением напряжения смещения коэффициент отражения уменьшается. Отрицательный потенциал смещения на подложке дает дополнительный вклад в суммарную тепловую энергию на поверхности подложки. Основные требования к металлизации – это высокая электропроводность, высокая адгезия и плотность покрытий. Исследование влияния интенсивности и продолжительности распыления мишени магнетрона на удельное сопротивление напыляемых металлических покрытий показало, что определяющим фактором является их толщина. Анализ химического состава полученных методом атомной эмиссионной спектроскопии показал отсутствие посторонних примесей. Эмиссионные спектры пленок и катода магнетрона полностью совпадают.

Используя полученные зависимости, можно изменять такие параметры нанесения покрытия как мощность разряда, время нанесения покрытия, температура предварительного нагрева подложек и величина отрицательного напряжения смещения на подложке с целью регулирования скорости напыления и оптических свойств покрытий.

В процессе выполнения работы была разработана математическая модель прикатодной области тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях с учетом зависимости коэффициента ионизации от энергии электронов и напряженности электрического поля. Получена зависимость плотности тока на катоде от катодного падения потенциала, индукции магнитного поля, рода рабочего газа для различных давлений и температуры мишени с учетом зависимости коэффициента ионизации от энергии электронов и напряженности электрического поля.

Рассмотрим систему уравнений непрерывности для электронной и ионной компонент тока и уравнение Пуассона, учитывающее искажение электрического поля в межэлектродном пространстве в результате действия объемного заряда. Для одномерной задачи в случае, когда плоский катод помещен в начало координат ($x = 0$),

$$\frac{d(n_e v_e)}{dx} = \alpha v_e n_e - \beta n_e n_+; \quad (1)$$

$$\frac{d(n_+ v_+)}{dx} = \alpha v_+ n_+ - \beta n_e n_+; \quad (2)$$

$$\frac{dE}{dx} = -\frac{e}{\epsilon_0} (n_+ - n_e); \quad (3)$$

$$v_e = \mu_e E; \quad (4)$$

$$v_+ = \mu_+ E; \quad (5)$$

где n_+ , n_e , v_+ , v_e , μ_+ , μ_e – концентрации, дрейфовые скорости и подвижности ионов аргона и электронов соответственно; E – напряженность электрического поля; α – первый ионизационный коэффициент Таунсенда; β – коэффициент рекомбинации; ε_0 – диэлектрическая постоянная; e – заряд электрона.

Ограничимся рассмотрением катодного падения потенциала как функции плотности тока.

Граничные условия, необходимые для решения системы (1) – (5), записываются в виде

$$j_+(0) = j_e(0); \quad (6)$$

$$U_k = \int_0^{l_k} E(x) dx. \quad (7)$$

где j_+ и j_e – плотности ионной и электронной компонент тока, l_k – длина катодного слоя, γ – обобщенный коэффициент вторичной диффузии под действием ионов и фотонов.

Для распределения напряженности электрического поля примем линейную зависимость от x :

$$E(x) = E_0(1 - x/l_k). \quad (8)$$

Для прикатодного падения потенциала

$$U_k = E_0 l_k / 2. \quad (9)$$

Решая систему уравнений (1) – (5) с соответствующими граничными условиями и с учетом (8) и (9) получим для полного тока j :

$$j = A \frac{U_k}{l_k} \left(\frac{U_k^2}{I_k^2} - A_2 \right), \quad (10)$$

здесь A_1 и A_2 – коэффициенты, зависящие от p , T , B , γ , рода рабочего газа. И условие самоподдержания разряда

$$\gamma \left[\exp \left(\int_0^{l_k} \alpha dx \right) - 1 \right] = 1 \quad (11)$$

Отсюда следует, что (10) с учетом (9) и (11) приводит к зависимости плотности тока на катоде от U_k и индукции магнитного поля. В МРС все падение напряжения U происходит в основном в прикатодной области, $U \approx U_k$. На основе (10) и (11) может быть построена аппроксимация ВАХ разряда и определена зависимость скорости распыления от параметров разряда. Кривые аппроксимации рассчитанные в рамках данной математической модели хорошо совпадают с экспериментально полученными

данными, это указывает на то, что предлагаемая модель разряда достаточно хорошо описывает процессы, протекающие в прикатодной области.

Формирование пленок, полученных с помощью МРС при пониженном давлении, происходит при следующих характерных условиях:

1. Низкая концентрация инертного газа у поверхности подложки;
2. Наличие пространства, которое атомы, распыленные с поверхности мишени, преодолевают практически без столкновений с атомами рабочего газа;
3. В процессе роста поверхность пленки подвергается непрерывной бомбардировке электронами, движущимися со стороны мишени;
4. Температура поверхности подложки в процессе нанесения покрытия составляет 370-500 К.

В связи с этим наиболее предпочтительной моделью описания состава и строения пленок SiO_x и TiO_x , полученных с помощью магнетронных распылительных систем, является модель макроскопической смеси. Согласно модели макроскопической смеси (Random Mixture Model) пленки SiO_x (TiO_x) представляют собой смесь кластеров Si и SiO_2 (Ti и TiO_2), погруженных в субоксиды (ненасыщенные оксиды), состоящие из $\text{SiO}_v\text{Si}_{v-x}$ ($\text{TiO}_v\text{Ti}_{v-x}$), $v = 1, 2, 3$. Конфигурации SiOSi_3 , SiO_3Si (TiO_3Ti и TiOTi_3), в модели макроскопической смеси появляются из-за наличия переходного слоя между кластерами Si и SiO_2 (Ti и TiO_2).

Расчет оптических характеристик покрытий проведен на основе выбранной модели. При допущении, что частицы с диэлектрической проницаемостью ε находятся в среде с диэлектрической проницаемостью ε_d , имеет место следующее соотношение Гарнетта:

$$\frac{(\varepsilon_c - \varepsilon_d)}{(\varepsilon_c + 2\varepsilon_d)} = q \frac{(\varepsilon - \varepsilon_d)}{(\varepsilon + 2\varepsilon_d)} \quad (12)$$

Из соотношения (12) следует, что диэлектрическая постоянная смеси ε_c зависит от фактора заполнения q и от диэлектрической проницаемости металла ε и диэлектрика ε_d . Это дает возможность получать требуемую величину комплексного показателя преломления пленок TiO_x в зависимости от степени окисления. Изменение процентного соотношения аргона и кислорода во время работы магнетрона, позволяет управлять значением комплексного показателя преломления \tilde{n} , а, следовательно, контролировать величину поглощения покрытия.

Таким образом, технология напыления пленок с помощью МРС дает возможность изготавливать покрытиями с требуемыми оптическими характеристиками.

В четвертой главе на основе проведенных экспериментальных и теоретических исследований зависимостей свойств тонкопленочных покрытий от параметров разряда МРС, представлена технология получения тонкопленочных функциональных покрытий с заданными оптическими и электрическими свойствами. Технологический процесс, который включает в себя следующие операции: вакуумная камера откачивается до высокого вакуума при помощи паромасляного и механического насосов. Подложки нагреваются с тыльной стороны при помощи нагревателей. Подается рабочий газ, зажигается разряд. После очистки поверхности мишени от окислов убирается заслонка и происходит нанесение покрытия. Слой металла наносится в среде аргона. Для нанесения оксидных слоев в качестве рабочего газа использовалась смесь аргона и кислорода. Толщина наносимого слоя оксида контролируется системой фотометрического контроля. По достижении покрытием требуемой толщины, закрывается заслонка и выключается разряд. После остывания подложек вакуумная камера разгерметизируется, напыленные подложки извлекаются. Были получены покрытия, приведенные ниже.

1 Защитное покрытие. Особенностью применения магнетрона является возможность нанесения в одном технологическом цикле металлических и оксидных покрытий. Это достигается путем изменения состава рабочего газа. При распылении материала мишени в среде аргона на поверхности подложки формируются металлические покрытия. При добавлении кислорода на поверхности подложки образуются диэлектрические слои оксидов. Получено зеркало с защитным покрытием, которое состоит из непрозрачного слоя металла и диэлектрического покрытия из двух слоев с высоким и низким показателями преломления и представляет собой систему В1,6НAl/стекло, где В – слой TiO_2 с высоким показателем преломления $n_B = 2,5$; Н – слой Al_2O_3 с низким показателем преломления $n_H = 1,68$. Оптическая толщина $n \cdot d$ верхнего слоя покрытия, равна $\lambda_0/4$ ($\lambda_0 = 500$ нм – длина волны, на которой ведется контроль оптической толщины наносимых слоев). У слоя, прилегающего к металлу, оптическая толщина $n_H \cdot d = (1 + \psi) \lambda_0 / (4\pi)$, где d – геометрическая толщина слоя, $\psi = \arctg(-2nk / (n_H^2 - n^2 - k^2))$ – скачок фазы электрического вектора при отражении от границы диэлектрик – металл, n - и k -действительная и мнимая части комплексного показателя преломления металла.

Синтезированное двухслойное защитное покрытие улучшило эксплуатационные характеристики Al зеркала: увеличило величину отражения до 95% и повысило механическую прочность. Спектральное отражение с защитным покрытием представлено на рис. 3. (кривая 2). Для сравнения на

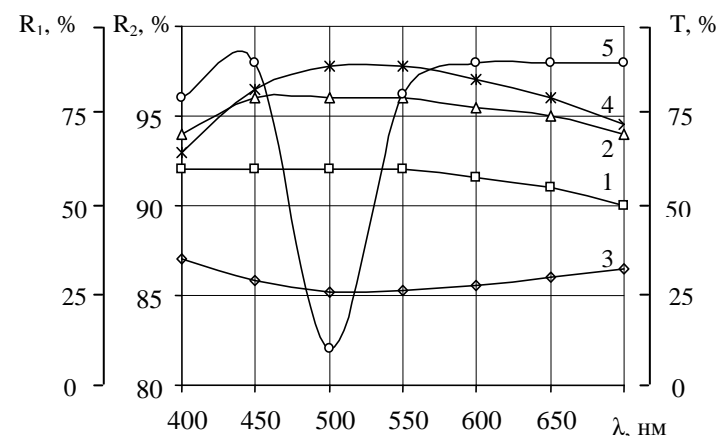


Рис. 3. Спектральная зависимость коэффициента отражения алюминиевого зеркала R_2 : 1 - без покрытия, 2 - с защитным покрытием; Спектральная зависимость коэффициента пропускания теплоотражающего покрытия Т: 3 - однослойного, 4 - двухслойного; Спектральная зависимость коэффициента отражения шестислойного неослепляющего зеркала R_1 – 5

этом же рисунке показана спектральная характеристика отражения Al зеркала без защитного покрытия - (кривая 1).

2 Токопроводящее покрытие. Зеркало с токопроводящим покрытием состоит из отражающего слоя нержавеющей стали и диэлектрического покрытия из двух слоев с высоким и низким показателями преломления и представляет собой систему В1,6НМ/стекло, где В – слой TiO_2 ; Н – слой Al_2O_3 ; М - нержавеющая сталь.

Полученное подогреваемое зеркало при источнике напряжением 12 В рассеивает мощность от 2 до 30 Вт в зависимости от толщины слоя и размеров зеркала. Поверхность зеркала нагревается до 20 °С приблизительно за 3 секунды.

Спектральный коэффициент отражения в видимой области спектра 400 - 700 нм составляет $R = 70 - 80\%$.

3 Теплоотражающее покрытие. Теплоотражающее покрытие на стекле предназначено для уменьшения пропускания инфракрасного излучения путем отражения падающего на поверхность стекла излучения с длиной волны

более 800 нм, при сохранении высокого уровня пропускания в видимой области спектрального диапазона 400 – 800 нм.

Теплоотражающее покрытие оксида олова, обеспечивая отражение инфракрасного излучения, снижает прозрачность стекла в видимой области спектра до 85% рис 3 (кривая 3). Нанесение поверх него четвертьволнового слоя оксида кремния увеличивает светопропускание теплоотражающего покрытия до величины более 95% (кривая 4).

4 Неослепляющее покрытие. Зеркало с неослепляющим покрытием состоит из непрозрачного слоя алюминия и диэлектрического покрытия из четного числа чередующихся слоев с высоким и низким показателями преломления и представляет собой систему $(\text{ВН})^2\text{В1,6НAl/стекло}$, где В – слой TiO_2 с высоким коэффициентом преломления $n_{\text{В}} = 2,5$; Н – слой Al_2O_3 с низким коэффициентом преломления $n_{\text{Н}} = 1,68$. Оптическая толщина $n \cdot d$ каждого из слоев покрытия, за исключением слоя прилегающего к металлу, равна $\lambda_0/4$. Толщина слоя оксида алюминия, прилегающего к отражающему слою металлического алюминия рассчитывалась с учетом скачка фазы электрического вектора при отражении от границы оксид алюминия - алюминий. Спектральная зависимость коэффициента отражения зеркала с многослойным интерференционным покрытием представлена кривой 5 на рис. 3.

Зеркало эффективно подавляет отраженный свет в области максимальной чувствительности ночного зрения человеческого глаза ($\lambda_{\text{max}} = 500$ нм). Коэффициент отражения в этой области составляет ~ 8%. Селективность отражения данного зеркала фактически не уменьшает интегральную величину коэффициента отражения.

ВЫВОДЫ

1. Создана экспериментальная установка для нанесения функциональных покрытий при помощи магнетронной распылительной системы.
2. Разработана и применена система фотометрического контроля, благодаря которой достигнута высокая точность контроля толщины покрытий в процессе напыления.
3. Проведены комплексные экспериментальные исследования разряда в МРС в процессе напыления покрытий.
4. Разработана математическая модель прикатодной области аномального тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях с учетом зависимости коэффициента ионизации от энергии электронов и напряженности электрического поля. Получена зависимость плотности тока

на катоде от катодного падения потенциала, индукции магнитного поля, рода рабочего газа для различных давлений и температуры мишени.

5. Экспериментально исследованы свойства полученных покрытий. Определены зависимости между основными параметрами магнетронного разряда и свойствами покрытий. На основе этих зависимостей установлена возможность управления процессом напыления с целью получения покрытий с заданными свойствами.

6. Разработана технология нанесения покрытий с заданными свойствами при непрерывном контроле толщины наносимых покрытий.

Разработанные технологии получения оптических покрытий внедрены в ФГУП «КНИИРЭ» (экономический эффект составил 760 000 руб) и в КГТУ (экономический эффект составил 126 000 руб).

7. Получены многослойные функциональные покрытия: защитные покрытия, предохраняющие от механических повреждений и повышающие отражение зеркальной поверхности; токопроводящие покрытия, позволяющие изготавливать автомобильные зеркала с подогревом; теплоотражающие покрытия, позволяющие изготавливать на их основе теплосберегающие окна; оптические покрытия для автомобильных зеркал, позволяющие предотвратить ослепление водителя светом фар идущего сзади автомобиля в темное время суток (получено два патента и одно свидетельство на полезную модель).

Список публикаций по теме диссертации:

1. *Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Нанесение защитных покрытий магнетронным распылением. //Научная сессия. КГТУ. 5-9 февраля 2001. Казань, с. 23.
2. *Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Технология напыления высокоотражающих покрытий на изделия из АБС-пластика. //Труды 6-ой Международной конференции «Пленки и покрытия ' 2001». 3-5 апреля 2001, Санкт-Петербург, Россия. Издательство СПбГТУ, 2001, с.156.
3. *Галютдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Нанесение магнетронным методом защитных покрытий, увеличивающих отражение алюминиевых зеркал. //Оборудование и технологии термической обработки металлов в машиностроении (ОТТОМ-2) сент.10-14, 2001г. Харьков. Часть 11, с. 104-106.
4. *Галютдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Автомобильные зеркала из пластика АБС. //Труды II Международной научно-практической конференции «Автомобиль и техносфера» ICATS'2001'. 13-15 июня 2001 г. Казань, Татарстан, Россия, с. 93-95.

5. *Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Приэлектродные процессы в магнетронных распылительных устройствах. //Материалы Всероссийская научная конференция по физике низкотемпературной плазмы ФНТП-2001, Петрозаводск. 1-7 июля 2001 г., с. 158-162.

6. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Теплоотражающие стекла с высоким коэффициентом пропускания. //Труды I Евразийского симпозиума по проблемам прочности материалов и машин для регионов холодного климата, ч. IV, 16-20 июля 2002 г., Якутск, с. 188-191.

7. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Для улучшения автомобильных зеркал. //«Автомобильная промышленность», 2002, № 3, с. 21-23.

8. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Технология напыления высокоотражающих покрытий на изделия из АБС-пластика. //«Инженерно-физический журнал» АН Беларуси. 2002 г., т. 75, №5, с. 170-173.

9. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Физико-механические свойства токопроводящих пленок, полученных магнетронным распылением. //«Тонкие пленки и слоистые структуры» (Пленки-2002). Моск. Гос. Институт радиотехники, электроники и автоматики (технич. университет), 26-30 ноября 2002 г.

10. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Теплоотражающее покрытие. //Научная сессия. КГТУ, 4-7 февраля 2003, Казань.

11. *Басыров Р.Ш., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Модель прикатодной области электрического разряда в магнетронных распылительных устройствах. //Тезисы докладов XXX Звенигородской конференции по физике плазмы и УТС. Звенигород, 16-20 февраля 2003, с. 202.

12. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Формирование защитных покрытий для алюминиевых зеркал методом магнетронного распыления. //«Сварочное производство», 2003, № 3, с. 27-31.

13. *Басыров Р.Ш., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Модель приэлектродных процессов в магнетронных распылительных устройствах. //«Прикладная физика», 2003, № 5, с. 37-41.

14. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Вакуумное напыление теплоотражающих покрытий. //Материалы десятой юбилейной научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», Крым, сентябрь, 2003 г., Том 1, с. 232-236.

15. *R.T. Galyautdinov, N.F. Kashapov, G.S. Luchkin.* Formatin of protective coatings for aluminium mirrors by magnetron sputtering. //«Welding International», 2003, 17, (8) 655 – 658.

16. *Лучкин Г.С.* Физические основы процесса получения функциональных покрытий методом магнетронного распыления. //Научная сессия по итогам 2003 г. (3-6 февраля 2004 г.) Аннотации сообщений, Казань, 2004 г., КГТУ, с. 40.

17. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Влияние параметров разряда магнетронного распылительного устройства на свойства функциональных покрытий. //Научная сессия по итогам 2003 г. (3-6 февраля 2004 г.) Аннотации сообщений, Казань, 2004 г., КГТУ, с. 41.

18. *Лучкин Г.С.* Вакуумная установка для напыления функциональных покрытий методом магнетронного распыления. //Научная сессия по итогам 2003 г. (3-6 февраля 2004 г.) Аннотации сообщений, Казань, 2004 г., КГТУ, с. 329.

19. *Басыров Р.Ш., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Модель прикатодной области электрического разряда в магнетронных распылительных устройствах. //Тезисы докладов XXXI Звенигородской конференции по физике плазмы и УТС. Звенигород, 16-20 февраля 2004, с. 202.

20. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Многослойное зеркало заднего вида для транспортных средств. //Полезная модель № 2001136078/20(038634) от 28.12.2001.

21. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Многослойное зеркало заднего вида для транспортных средств. //Патент на изобретение № 2213362, зарегистрирован 27.10.2003 г.

22. *Галяутдинов Р.Т., Кашапов Н.Ф., Лучкин Г.С.* Зеркало с обогревом. //Решение о выдаче патента на изобретение. №2003115318/28(016284), дата подачи заявки 22.05.2003.

Соискатель

Лучкин Г.С.